

**PCT**WELTORGANISATION FÜR GEISTIGES EIGENTUM  
Internationales BüroINTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE  
INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)

<b>(51) Internationale Patentklassifikation <sup>7</sup> :</b> <b>A23L 1/22, B01J 13/04, 2/16</b>	<b>A1</b>	<b>(11) Internationale Veröffentlichungsnummer: WO 00/36931</b> <b>(43) Internationales Veröffentlichungsdatum:</b> 29. Juni 2000 (29.06.00)
<b>(21) Internationales Aktenzeichen:</b> PCT/EP99/09644 <b>(22) Internationales Anmeldedatum:</b> 8. Dezember 1999 (08.12.99)  <b>(30) Prioritätsdaten:</b> 198 58 729.5      18. Dezember 1998 (18.12.98)    DE 199 56 604.6      25. November 1999 (25.11.99)    DE  <b>(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US):</b> HAARMANN & REIMER GMBH [DE/DE]; D-37601 Holzmin-den (DE).  <b>(72) Erfinder; und</b> <b>(75) Erfinder/Anmelder (nur für US):</b> SCHLEIFENBAUM, Birgit [DE/DE]; Weintalstr. 26, D-37671 Hötter (DE). UHLEMANN, Jens [DE/DE]; Moltkestr. 2a, D-37603 Holzminden (DE). BOECK, Reinhard [DE/DE]; Alte Heer-Str. 56-58, D-41564 Kaarst (DE). HINDERER, Jürgen [DE/DE]; Am Benthal 54, D-51381 Leverkusen (DE).  <b>(74) Anwalt:</b> MANN, Volker, Bayer AG, D-51368 Leverkusen (DE).	<b>(81) Bestimmungsstaaten:</b> AE, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW, ARIPO Patent (GH, GM, KE, LS, MW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), OAPI Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).  <b>Veröffentlicht</b> <i>Mit internationalem Recherchenbericht. Vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche zugelassenen Frist; Veröffentlichung wird wiederholt falls Änderungen eintreffen.</i>	
<b>(54) Title:</b> ENCAPSULATED FLAVOUR AND/OR FRAGRANCE PREPARATIONS  <b>(54) Bezeichnung:</b> EINGEKAPSELTE AROMA- UND/ODER RIECHSTOFFZUBEREITUNGEN  <b>(57) Abstract</b> <p>The invention relates to encapsulated flavour and/or fragrance preparations and a method for producing same from a spray solution consisting of an aqueous solution of polymeric carriers and emulsified flavours and/or fragrances. The granules have an adjustable particle size of between 0.2 and 2 mm, present even size distribution and a globular shape and are further characterized by a high concentration and high retention of volatile flavours.</p> <b>(57) Zusammenfassung</b> <p>Die vorliegende Erfindung betrifft eingekapselte Aroma- und/oder Riechstoffzubereitungen, ein Verfahren zu ihrer Herstellung aus einer Sprühlösung, die aus einer wäßrigen Lösung polymerer Trägerstoffe und emulgierten Aroma- und/oder Riechstoffen besteht. Die Granulate weisen eine einstellbare Korngröße im Bereich 0,2 bis 2 mm mit enger Verteilung und mit kugeliger Geometrie auf und zeichnen sich weiter durch hohe Beladung mit sowie hohe Retention von flüchtigen Aromen aus.</p>		

### LEDIGLICH ZUR INFORMATION

Codes zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

AL	Albanien	ES	Spanien	LS	Lesotho	SI	Slowenien
AM	Armenien	FI	Finnland	LT	Litauen	SK	Slowakei
AT	Österreich	FR	Frankreich	LU	Luxemburg	SN	Senegal
AU	Australien	GA	Gabun	LV	Lettland	SZ	Swasiland
AZ	Aserbaidshan	GB	Vereinigtes Königreich	MC	Monaco	TD	Tschad
BA	Bosnien-Herzegowina	GE	Georgien	MD	Republik Moldau	TG	Togo
BB	Barbados	GH	Ghana	MG	Madagaskar	TJ	Tadschikistan
BE	Belgien	GN	Guinea	MK	Die ehemalige jugoslawische Republik Mazedonien	TM	Turkmenistan
BF	Burkina Faso	GR	Griechenland	ML	Mali	TR	Türkei
BG	Bulgarien	HU	Ungarn	MN	Mongolei	TT	Trinidad und Tobago
BJ	Benin	IE	Irland	MR	Mauretanien	UA	Ukraine
BR	Brasilien	IL	Israel	MW	Malawi	UG	Uganda
BY	Belarus	IS	Island	MX	Mexiko	US	Vereinigte Staaten von Amerika
CA	Kanada	IT	Italien	NE	Niger	UZ	Usbekistan
CF	Zentralafrikanische Republik	JP	Japan	NL	Niederlande	VN	Vietnam
CG	Kongo	KE	Kenia	NO	Norwegen	YU	Jugoslawien
CH	Schweiz	KG	Kirgisistan	NZ	Neuseeland	ZW	Zimbabwe
CI	Côte d'Ivoire	KP	Demokratische Volksrepublik Korea	PL	Polen		
CM	Kamerun	KR	Republik Korea	PT	Portugal		
CN	China	KZ	Kasachstan	RO	Rumänien		
CU	Kuba	LC	St. Lucia	RU	Russische Föderation		
CZ	Tschechische Republik	LI	Liechtenstein	SD	Sudan		
DE	Deutschland	LK	Sri Lanka	SE	Schweden		
DK	Dänemark	LR	Liberia	SG	Singapur		
EE	Estland						

### Eingekapselte Aroma- und/oder Riechstoffzubereitungen

Die vorliegende Erfindung betrifft mittels kontinuierlicher Wirbelschichtsprüh-  
granulation eingekapselte Aroma- und/oder Riechstoffzubereitungen, ein Verfahren  
zu ihrer Herstellung und ihre Verwendung vorzugsweise in Lebensmitteln.

Bei Aromen (Geschmacksstoffen) und Riechstoffen handelt es sich um komplexe  
flüssige Mischungen in der Regel flüchtiger Komponenten. Aromagranulate werden  
für verschiedene Zwecke benötigt. Üblich ist die Aromeneinkapselung über Sprüh-  
trocknung, bei der jedoch nur verhältnismäßig feine und unregelmäßig strukturierte  
Partikel erzeugt werden (R. Büttiker, Dissertation ETH Zürich Nr. 6148).

Eine Alternative zur Sprühtrocknung ist die Herstellung von Aromagranulaten über  
Wirbelschichtsprühgranulation. Die EP A 070 719 beschreibt z.B. die Herstellung  
von Aromagranulaten in einer konventionellen diskontinuierlich betriebenen Wirbel-  
schicht. Dabei wird eine Emulsion der zu granulierenden Aromen in ein Wirbelbett  
gesprüht, welches aus mit Luft aufgewirbelten Partikeln besteht. Die Partikel wirken  
dann als Keime für die Bildung der Granulatkörner.

In der WO 97/16078 wird die Herstellung von Aromagranulaten in einem konven-  
tionellen diskontinuierlich betriebenen Fließbettrotorgranulator beschrieben. Durch  
eine rotierende Bodenplatte erzeugt der Rotorgranulator eine Verwirbelung des in  
ihm enthaltenen Fließbettes. Bei diesem Verfahren kann nur auf vorgelegte Kerne  
aufgesprüht werden, so dass der Aromagehalt des Endproduktes sehr niedrig ist.

Beide Verfahren arbeiten diskontinuierlich, d.h. nach der Verarbeitung eines Sprüh-  
lösungsansatzes ist der Herstellungsprozeß beendet und das Granulat wird der Vor-  
richtung entnommen. Anschließend muß ein neuer Sprühlösungsansatz verarbeitet  
werden. Aus Gründen der Wirtschaftlichkeit müssen die Verfahren daher mit einem  
hohen Bettinhalt betrieben werden. Für ein vorgegebenes Granulatwachstum muß

eine entsprechende Menge von Sprühlösung verdampft werden. Deshalb führt der hohe Bettinhalt zu langen Verweilzeiten des Granulates, die im Bereich von Stunden liegen. Eine lange Verweilzeit führt jedoch bei gleichzeitiger Temperaturbeanspruchung der Granulate in einem Luftstrom zu entsprechend hohen Verlusten bei den flüchtigen Aromen. Eine Absenkung von Lufttemperatur und/oder des Luftdurchsatzes verringert den Aromenverlust nicht, da sich dann zwangsläufig die Zeit zur Verdampfung der Sprühlösung verlängert.

Ein weiterer Nachteil des Verfahrens nach der EP A 070 719 ist, dass die damit erhaltenen Produkte zur Herstellung von engen Korngrößenverteilungen nachgesiebt werden müssen. Das ist zum einen ein zusätzlicher Arbeitsaufwand, zum anderen geht dabei wertvolles Material verloren.

Nachteilig bei WO 97/16078 ist der große Anteil von Füllmaterial im Granulatkern (ca. 60 bis 90 Gew.-%) und die nur oberflächliche Anlagerung der Aromen an die Granulate. Die oberflächliche Anlagerung vermindert den Schutz der Aromen, limitiert die maximale Beladung und führt zu unerwünscht hohen Anteilen von Aromen an der Oberfläche des Granulats.

Zwar können die gemäß EP A 070 719 oder WO 97/16078 hergestellten Granulate mit einer Umhüllung versehen werden, um das Löslichkeits- und Aromafreisetzungsverhalten einzustellen, oder um eine gezielte Schutzwirkung zu erreichen. Die noch immer verhältnismäßig uneinheitliche Korngrößenverteilung und die unregelmäßige Granulatoberfläche erschweren jedoch eine gleichmäßige Umhüllung mit konstanter Hülldicke. Eine wirklich zeit- oder temperaturkontrollierte Freisetzung der Aromen bzw. der Riechstoffe kann so nicht erreicht werden.

Ziel der vorliegenden Erfindung sind granuliert eingekapselte Aroma- und/oder Riechstoffzubereitungen. Die Granulate sollten eine einstellbare Korngröße, vorzugsweise im Bereich von 0,2 bis 2 mm, mit enger Korngrößenverteilung und kugelförmiger Geometrie, sowie eine hohe Beladung mit flüchtigen Aromen aufweisen. Bei

der Herstellung soll die Retention der flüchtigen Aromen maximiert, die Siebverluste minimiert und die Ausbeute für eine einstellbare Wunschkorngröße maximiert werden können. Die Granulate sollten weiterhin ideale Voraussetzungen für eine Umhüllung aufweisen, damit durch geschickte Wahl der Umhüllung die Aromaeigenschaften gezielt auf einen Verwendungszweck abgestimmt werden können.

Es wurden eingekapselte Aroma- und/oder Riechstoffzubereitungen gefunden, hergestellt mittels kontinuierlicher Wirbelschichtsprühgranulation, bei der eine Aroma- und/oder Riechstoffzubereitung in ein Wirbelbett mit Granulationskeimen eingesprüht wird und bei der die durchschnittliche Verweilzeit der eingesprühten Aromen- und/oder Riechstoffzubereitung im Wirbelbett weniger als 20 Minuten beträgt.

Die erfindungsgemäßen neuen Aroma- und/oder Riechstoffzubereitungen erfüllen die oben genannten Forderungen. Insbesondere weisen sie Korngrößen von 0,2 bis 2 mm auf, sie sind staubfrei, die Aromenbeladungen liegen im Bereich von 1 bis 25 Gew.-%, die Retentionen der Aromen während des Granulationsprozesses liegen im Bereich von 60 bis 90 Gew.-%.

Es wurde auch ein Verfahren zur Herstellung von eingekapselten Aroma- und/oder Riechstoffzubereitungen, hergestellt mittels Wirbelschichtsprühgranulation, bei der eine Aromen- und/oder Riechstoffzubereitung in ein Wirbelbett mit Granulationskeimen eingesprüht wird, gefunden, dadurch gekennzeichnet, dass die durchschnittliche Verweilzeit der eingesprühten Aromen- und/oder Riechstoffzubereitung im Wirbelbett weniger als 20 Minuten beträgt.

Die durchschnittliche Verweilzeit der eingesprühten Aromen- und/oder Riechstoffzubereitung im Wirbelbett beträgt bevorzugt 2 bis 15 Minuten, insbesondere 5 bis 10 Minuten.

In Untersuchungen hat sich gezeigt, dass sich einerseits Aromen- und/oder Riechstoffe in einer derart kurzen Zeitspanne ausreichend granulieren lassen, und dass da-

bei andererseits ein Produkt erhalten wird, das hinsichtlich der Verteilung der Korngrößen, der Geometrie, der Retention sowie Beladung erheblich verbessert ist. Eine hohe Beladung bedeutet dabei eine große Gesamtmenge von eingekapseltem Aroma bezogen auf die Granulatmasse. Je höher die Retention der einzelnen flüchtigen Komponenten ist, je niedriger sind die Verluste dieser Komponente.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann diskontinuierlich und kontinuierlich ausgeführt werden. Vorzugsweise wird das erfindungsgemäße Verfahren kontinuierlich ausgeführt. Ein kontinuierliches Verfahren ist besser für eine industrielle Produktion geeignet, und weist kurze Verweilzeiten auf. Bei gleichem Materialdurchsatz ist der Bettinhalt bei den kontinuierlichen Verfahren der Wirbelschichtsprühgranulation niedriger als bei den diskontinuierlichen Verfahren. Statt die Gesamtmenge aller Granulatkeime gleichzeitig aufwachsen zu lassen, wird bei der kontinuierlichen Wirbelschichtsprühgranulation nur eine kleine Menge der Granulatkeime besprüht und nach Erreichen der gewünschten Korngröße sofort über einen Siebtrichter ausgetragen. Die erfindungsgemäß hergestellten eingekapselten Aroma und/oder Riechstoffzubereitungen weisen eine geringe Korngrößenverteilung auf; außerdem können gezielt die Körner der passenden Größe entnommen werden.

Im Rahmen der vorliegenden Erfindung ist es daher bevorzugt, dass das Wirbelbett eine geringe Betthöhe hat. Vorzugsweise beträgt diese 3 bis 50 cm, insbesondere bevorzugt 5 bis 20 cm.

Durch kontinuierliche Wirbelschichtsprühgranulation entstehen aus einer Sprühhlösung bestehend aus Wasser, emulgiertem Aroma und gelösten/suspendierten Trägerstoffen freifließende, staubarme, körnige Granulate mit eingekapseltem Aroma/Riechstoff umgewandelt. Dabei erfolgen im Idealfall die Grundvorgänge Keimerzeugung, Trocknen, Formgebung und selektives Austragen der Granulate, welche die Wunschkorngröße erreicht haben, simultan in einem Apparat.

Das Grundprinzip der kontinuierlichen Wirbelschichtsprühgranulation (Chemie-Ingenieur-Technik, 62. Jahrgang (1990), Seiten 822 bis 834) ist in zahlreichen Varianten realisiert worden. Zu unterscheiden sind insbesondere die Variante mit externer Keimbildung, bei denen Keime aus externen Sichtern, Mahlanlagen oder sonstigen Feststoffspeichern in das Bett dosiert werden, sowie Varianten mit interner Keimbildung. Im Vergleich weisen die Varianten mit externer Keimbildung allerdings aus zwei Gründen eine erhöhte Verweilzeit auf:

1. Die Betthöhe wird über die Keimzufuhr geregelt und kann deshalb nicht unter ein regelbares Minimum abgesenkt werden.
2. Es werden für das Verfahren externe Feststoffkreisläufe benötigt.

Im Rahmen der vorliegenden Erfindung werden daher Verfahren mit interner Keimzufuhr bevorzugt. Ein solches ist z.B. das in der EP A 163 836 beschriebene Verfahren. Dieses verfügt weiterhin über einen selbstregelnden Mechanismus zur Korngrößenregelung und weist daher eine minimale Verweilzeit auf.

Die Sprühlösung kann von unten, von der Seite, aber auch von oben in die Wirbelschicht gesprüht werden. Für die Abtrennung von mitgerissenen Feststoffen aus der Abluft sind zahlreiche Varianten möglich, die sich durch das Abscheideverfahren (z.B. Zyklon oder Filter) oder durch den Ort der Abtrennung (innerhalb oder außerhalb des Granulators) unterscheiden.

Schließlich werden für das Austragen der Granulate vorzugsweise Siebter verwendet. Mit den Sichertn wird erreicht, dass nur die groben Partikel die Wirbelschicht verlassen können. Die übrigen Partikel bleiben solange in der Wirbelschicht zurück, bis auch sie die Wunschkorngröße erreicht haben.

Die Partikel des Granulates werden vorzugsweise nach der Erzeugung mit einer Umhüllung versehen. Diese Umhüllung kann entweder in dazu geeigneten Wirbel-

schichtapparaturen (Top-Spray-Coater, Bottom-Spray-Coater, Wurster-Coater) oder in Filmcoatern aufgetragen werden. Dies geschieht durch Aufsprühen einer Lösung, Emulsion, Dispersion oder Schmelze einer Substanz, die für diese Zwecke aufgrund ihrer filmbildenden Eigenschaften bekanntermaßen verwendet wird. Als Umhüllungs-  
5      materialien können Substanzen bzw. Substanzgemische wie z.B. Fette, Wachse, Proteine, wie Gelatine, Hydrokolloide wie Stärken, abgebaute Stärken, chemisch modifizierte Stärken, modifizierte Cellulosen, mikrokristalline Cellulose, pflanzliche exudate, wie Gummi Arabicum, Ghatti-Gummi, Traganth, Karaya, Pflanzenextrakte, wie Carrageenan, Guarkernmehl, Johannisbrotkernmehl, Agar-Agar, Alginate, Pek-  
10     tin, Inulin, Tierextrakte wie Chitosan und Schellack, Produkte aus Mikroorganismen, wie Xanthan Gum, Gellan Gum, kosmetisch oder pharmazeutisch anwendbare Kunststoffe, z.B. Polyvinylpyrrolidon, Polyacrylate, Polymethacrylate, Polyvinylacetatphthalat, Polyethylenglykol verwendet werden. Das Umhüllungsmaterial wird auf die jeweiligen Anforderungen an das Granulat je nach Verwendungszweck abge-  
15     stimmt.

Die zu granulierende Sprühlösung kann - analog zum Vorgehen bei der Sprühtrocknung von Aromen - aus Wasser mit gelösten und/oder suspendierten polymeren Trägerstoffen und emulgiertem Aroma bestehen. Die polymeren Trägerstoffe können  
20     hydrolisierte oder modifizierte Stärken oder Hydrokolloide wie z.B. Gummi Arabikum als reine Stoffe oder in beliebigen Mischungsverhältnissen sein.

Der zu granulierenden Sprühlösung können auch übliche Zusatzstoffe und Zutaten wie Lebensmittel- oder Kosmetik-Farbstoffe, Süßstoffe, Antioxidantien, Genuß-  
25     säuren wie Zitronensäure, geschmacksbeeinflussende Stoffe wie Natriumglutamat, Vitamine, Mineralstoffe, Saftkonzentrate etc. zugegeben werden.

Das erfindungsgemäße Verfahren der Wirbelschichtsprühgranulation wird vorzugsweise bei erhöhten Lufttemperaturen im Bereich von 60°C und 180°C, bevorzugt von  
30     100°C und 140°C, durchgeführt. Der Luftdurchsatz wird für maximale Trocknungsleistung so groß wie möglich gewählt. Die geeigneten Gasgeschwindigkeiten liegen



im Bereich von 0,5 bis 1,5 m/s, bevorzugt bei 1 m/s. Die zulässige Produkttemperatur ist gekoppelt an die Ablufttemperatur und wird über die Sprühdosis der Sprühdosis eingestellt. Die Betthöhe beträgt bei der Verfahrensweise gemäß EP A 163 836 nur wenige Zentimeter. Die Betthöhe bei den Varianten mit externer Keimbildung wird im Bereich von 20 bis 50 Zentimeter geregelt.

Als Aromen und Riechstoffe kommen komplexe Aroma- und Riechstoffkompositionen, die alle bisher für Aromen und Parfüms verwendete Einzelkomponenten, also Aroma und/oder Riechstoffe sowie etherische Öle oder Fraktionen daraus enthalten können, aber auch nur einzelne Aroma- oder Riechstoffe, z.B. Acetaldehyd, Menthol, Ethylbutyrat, etc., oder etherische Öle oder Fraktionen daraus in Frage.

Als Aromen- und Riechstoffe im Rahmen der vorliegenden Erfindung, seien bevorzugt beispielsweise genannt: Beeren, Citrus, Kernobst, Käse, Fleisch, Fisch, Meeresfrüchte, Gewürze, Kräuter, Gemüse, Kaffee, Schokolade, Mint, Tabak, Holz, Blumen, etc.

Die erfindungsgemäßen eingekapselten Aroma- und/oder Riechstoffzubereitungen können vorzugsweise in Lebensmitteln verwendet werden.

Im folgenden wird die Erfindung anhand von Beispielen erläutert.

## Herstellungsbeispiele

### Beispiel 1 (Erdbeere):

5 In einer Granulierapparatur des in EP 163 836 dargestellten Typs (mit den folgenden Merkmalen: Durchmesser Anströmboden: 225 mm, Sprühdüse: Zweistoffdüse; Sichtender Austrag: Zick-Zack-Sichter; Filter: internes Schlauchfilter) wird eine Lösung bestehend aus 44 Gew.-% Wasser, 11 Gew.-% Erdbeeraroma, 13 Gew.-% Gummi arabicum und 32 Gew.-% hydrolysierter Stärke (Maltodextrin DE 15-19) granuliert. Die Lösung wird bei einer Temperatur von 32°C in den Wirbelschichtgranulator gesprüht. Zur Fluidisierung des Bettinhaltes wird Stickstoff in einer Menge von 140 kg/h eingeblasen. Die Eintrittstemperatur des Fluidisiergases beträgt 140°C. Die Temperatur des Abgases beträgt 76°C. Als Sichtgas wird ebenfalls Stickstoff in einer Menge von 15 kg/h mit einer Temperatur von 50°C zugeführt. Der Inhalt des Wirbelbettes beträgt ca. 1700 g. Die Granulierleistung beträgt ca. 2.8 kg pro Stunde. Man erhält ein frei fließendes Granulat mit einem mittleren Teilchendurchmesser von 1 mm bei einer Schüttdichte von 600 g/l. Die Granulate sind rund und weisen eine glatte Oberfläche auf. Aufgrund des konstanten Druckverlustes des Filters und des ebenfalls konstant bleibenden Bettinhaltes ist von stationären Bedingungen hinsichtlich des Granulationsprozesses auszugehen.

### Beispiel 2 (Mint):

25 In der in Beispiel "Erdbeere" beschriebenen Apparatur wird eine Granulierung einer Lösung bestehend aus 37 Gew.-% Wasser, 15 Gew.-% Gummi arabicum, 35 Gew.-% hydrolysierter Stärke (Maltodextrin DE 15-19) und 13 Gew.-% Pfefferminzaroma durchgeführt. Die Lösung wird mit blauer Farbe (E131) ungefärbt (40 g einer 2%igen Lösung). Die Lösung wird bei einer Temperatur von 35°C in den Wirbelschichtgranulator gesprüht. Zur Fluidisierung des Bettinhaltes wird Stickstoff in einer Menge von 130 kg/h eingeblasen. Die Eintrittstemperatur des Fluidisiergases beträgt 140°C. Die Temperatur des Abgases beträgt 85°C. Als Sichtgas wird ebenfalls Stick-

stoff in einer Menge von 16 kg/h mit einer Temperatur von 30°C zugeführt. Der Inhalt des Wirbelbettes beträgt ca. 1700 g. Die Granulierleistung beträgt ca. 4 kg pro Stunde. Man erhält ein frei fließendes Granulat mit einem mittleren Teilchendurchmesser von 1 mm bei einer Schüttdichte von 550 g/l. Die Granulate sind rund und weisen eine raue Oberfläche auf.

In derselben Apparatur wurden die zuvor erzeugten Granulate mit dem Fett Revel A (von Fa. Loders Croklaan) gecoatet; als Bettvorlage werden 400 g vorgelegt. Durch Anheben der Sichtgasmenge auf 23 kg/h bei 25°C wird kein Material ausgetragen, d.h. das Coaten findet im Batchbetrieb statt. Die Schmelze wird bei einer Temperatur von 74°C in den Wirbelschichtgranulator gesprüht. Die Temperatur des Zerstäubungsgases beträgt 70°C. Zur Fluidisierung des Bettinhaltes wird Stickstoff in einer Menge von 100 kg/h eingeblasen. Die Eintrittstemperatur des gekühlten Fluidisierungsgases beträgt 16°C. Die Temperatur des Abgases beträgt 28°C. Man erhält ein frei fließendes Granulat. Die Granulate sind rund. REM-Aufnahmen der Bruchflächen zeigen eine weitgehend gleichmäßige Beschichtung der Granulate mit dem Fett.

### Beispiel 3 (Tee-Extrakt):

In der in Beispiel "Erdbeere" beschriebenen Apparatur wird eine Granulierung einer Lösung bestehend aus 25 Gew.-% Wasser, 4 Gew.-% Gummi arabicum, 19 Gew.-% hydrolysierte Stärke (Maltodextrin DE 15-19) und 52 Gew.-% Tee-Extrakt (Feststoffgehalt ca. 63 Gew.-%) durchgeführt. Die Lösung wird bei einer Temperatur von 35°C in den Wirbelschichtgranulator gesprüht. Zur Fluidisierung des Bettinhaltes wird Stickstoff in einer Menge von 110 kg/h eingeblasen. Die Eintrittstemperatur des Fluidisierungsgases beträgt 138°C. Die Temperatur des Abgases beträgt 80,5°C. Als Sichtgas wird ebenfalls Stickstoff in einer Menge von 11,5 kg/h mit einer Temperatur von 81°C zugeführt. Der Inhalt des Wirbelbettes beträgt ca. 450 g. Die Granulierleistung beträgt ca. 2 kg pro Stunde. Man erhält ein frei fließendes Granulat mit einem mittleren Teilchendurchmesser von 0,8 mm. Die Granulate sind rund und weisen eine sehr glatte Oberfläche auf.

**Beispiel 4 (Huhn):**

In der in Beispiel "Erdbeere" beschriebenen Apparatur wird eine Granulierung einer Lösung bestehend aus 44 Gew.-% Wasser, 14 Gew.-% Gummi arabicum, 31 Gew.-% hydrolysierter Stärke (Maltodextrin DE 15-19) und 11 Gew.-% Huhn-Aroma durchgeführt. Die Lösung wird bei einer Temperatur von 30°C in den Wirbelschichtgranulator gesprüht. Zur Fluidisierung des Bettinhaltes wird Stickstoff in einer Menge von 130 kg/h eingeblasen. Die Eintrittstemperatur des Fluidisiergases beträgt 140°C. Die Temperatur des Abgases beträgt 91°C. Als Sichtgas wird ebenfalls Stickstoff in einer Menge von 16 kg/h mit einer Temperatur von 65°C zugeführt. Der Inhalt des Wirbelbettes beträgt ca. 650 g. Die Granulierleistung beträgt ca. 2 kg pro Stunde. Man erhält ein frei fließendes Granulat mit einem mittleren Teilchendurchmesser von 1,5 mm. Die Granulate sind rund und weisen eine mäßig glatte Oberfläche auf.

**Beispiel 5 (Himbeere):**

In der in Beispiel "Erdbeere" beschriebenen Apparatur wird eine Granulierung einer Lösung bestehend aus 50 Gew.-% Wasser, 1 Gew.-% Gummi arabicum, 22,5 Gew.-% hydrolysierter Stärke (Maltodextrin DE 15-19) und 16,5 Gew.-% Himbeeraroma sowie einer geringen Menge Farbstoff durchgeführt. Die Lösung wird bei einer Temperatur von 32°C in den Wirbelschichtgranulator gesprüht. Zur Fluidisierung des Bettinhaltes wird Stickstoff in einer Menge von 110 kg/h eingeblasen. Die Eintrittstemperatur des Fluidisiergases beträgt 130°C. Die Temperatur des Abgases beträgt 84°C. Als Sichtgas wird ebenfalls Stickstoff in einer Menge von 9 kg/h mit einer Temperatur von 81°C zugeführt. Der Inhalt des Wirbelbettes beträgt ca. 300 g. Die Granulierleistung beträgt ca. 1,5 kg pro Stunde. Man erhält ein frei fließendes Granulat mit einem mittleren Teilchendurchmesser von 0,5 mm. Die Granulate sind rund und weisen eine mäßig glatte Oberfläche (teilweise mit Sekundäragglomeraten) auf.

In derselben Apparatur wurden die zuvor erzeugten Granulate mit Boysenberryaroma (Lösung bestehend aus 50 Gew.-% Wasser, 11 Gew.-% Gummi arabicum, 22,5 Gew.-% hydrolysierter Stärke (Maltodextrin DE 15-19) und 16,5 Gew.-% Boysenaroma) gecoatet; als Bettvorlage werden 530 g vorgelegt. Durch Anheben der Sichtgasmenge auf 20 kg/h bei 90°C wird kein Material ausgetragen, d.h. das Coaten findet im Batchbetrieb statt. Die Lösung wird bei einer Temperatur von 26°C in den Wirbelschichtgranulator gesprüht. Die Temperatur des Zerstäubungsgases beträgt 30°C. Zur Fluidisierung des Bettinhaltes wird Stickstoff in einer Menge von 110 kg/h eingeblasen. Die Eintrittstemperatur des Fluidisiergases beträgt 130°C. Die Temperatur des Abgases beträgt 82°C. Man erhält ein frei fließendes Granulat. Die Feststoffpartikel sind rund. REM-Aufnahmen der Bruchflächen zeigen eine sehr gleichmäßige Beschichtung der Granulate.

#### Beispiel 6 (Ethylbutyrat):

In der in Beispiel "Erdbeere" beschriebenen Apparatur wird eine Granulierung einer Lösung bestehend aus 38 Gew.-% Wasser, 15 Gew.-% Gummi arabicum, 34 Gew.-% hydrolysierter Stärke (Maltodextrin DE 15-19) und 13 Gew.-% Ethylbutyrat durchgeführt. Die Lösung wird bei einer Temperatur von 38°C in den Wirbelschichtgranulator gesprüht. Zur Fluidisierung des Bettinhaltes wird Stickstoff in einer Menge von 125 kg/h eingeblasen. Die Eintrittstemperatur des Fluidisiergases beträgt 105°C. Die Temperatur des Abgases beträgt 66°C. Als Sichtgas wird ebenfalls Stickstoff in einer Menge von 10 kg/h mit einer Temperatur von 30°C zugeführt. Der Inhalt des Wirbelbettes beträgt ca. 1650 g. Die Granulierleistung beträgt ca. 1,4 kg pro Stunde. Man erhält ein frei fließendes Granulat mit einem mittleren Teilchendurchmesser von 0,5 mm bei einer Schüttdichte von 465 g/l. Die Granulate sind rund und weisen eine mäßig glatte Oberfläche auf.

**Beispiel 7 (Modellaromagemisch):**

In der in Beispiel "Erdbeere" beschriebenen Apparatur wird eine Granulierung einer Lösung bestehend aus 50 Gew.-% Wasser, 4 Gew.-% Gummi arabicum, 36 Gew.-% hydrolysierte Stärke (Maltodextrin DE 15-19) und 10,0 Gew.-% Modellaromagemisch (Limonen:Ethylbutyrat:Phenylethanol = 1:1:1) durchgeführt. Die Lösung wird bei einer Temperatur von 22°C in den Wirbelschichtgranulator gesprüht. Zur Fluidisierung des Bettinhaltes wird Stickstoff in einer Menge von 125 kg/h eingeblasen. Die Eintrittstemperatur des Fluidisiergases beträgt 105°C. Die Temperatur des Abgases beträgt 59°C. Als Sichtgas wird ebenfalls Stickstoff in einer Menge von 14 kg/h mit einer Temperatur von 30°C zugeführt. Der Inhalt des Wirbelbettes beträgt ca. 700 g. Die Granulierleistung beträgt ca. 1,25 kg pro Stunde. Man erhält ein frei fließendes Granulat mit einem mittleren Teilchendurchmesser von 0,7 mm. Die Granulate sind rund und weisen eine raue Oberfläche auf.

In derselben Apparatur wurden die zuvor erzeugten Granulate mit Methylcellulose (wäßrige Lösung mit 2,0 Gew.-% Feststoff) Methocel A 15 LV (Dow Chemical) gecoatet; als Bettvorlage werden 480 g vorgelegt. Durch Anheben der Sichtgasmenge auf 20 kg/h bei 30°C wird kein Material ausgetragen, d.h. das Coaten findet im Batchbetrieb statt. Die Lösung wird bei einer Temperatur von 22°C in den Wirbelschichtgranulator gesprüht. Die Temperatur des Zerstäubungsgases beträgt 30°C. Zur Fluidisierung des Bettinhaltes wird Stickstoff in einer Menge von 120 kg/h eingeblasen. Die Eintrittstemperatur des Fluidisiergases beträgt 140°C. Die Temperatur des Abgases beträgt 81°C. Man erhält ein frei fließendes Granulat. Die Feststoffpartikel sind rund. REM-Aufnahmen der Bruchflächen zeigen eine sehr gleichmäßige und dünne Beschichtung der Granulate (5 Gew.-% Methylcellulose bezogen auf das Granulatgewicht).

### Einsatz der Granulate in der Anwendung

Die in den Beispielen erwähnten Aromen- und Riechstoffgranulate werden in den zu aromatisierenden Lebensmitteln (z.B. Instant-Getränkem pulver, Aufgußteebeutel, Hart- und Weichkaramellen, Weingummis, Backwaren, Nahrungsmittel, Komprimat, Kaugummi, Eiscreme, Eiscremecoating, gefüllte Schokoladenprodukte, Instant-Suppen und -Saucen, gefrorene Fertiggerichte, wärmebehandelte Getränke, Suppen und Saucen, Mundhygieneprodukte wie Gebißreinigungstabletten und Zahnpasten) eingesetzt oder in den zu parfümierenden Kosmetik-, Hygiene-, Pharma, Seifen-, Detergentien- oder Haushaltsprodukten verwendet.

### Anwendungsbeispiele

#### Beispiel 8 (Hart- und Weichkaramellen)

Ein blau gefärbtes Aromagranulat mit eingekapseltem Mint-Aroma wird zu 1 % in die heiße (140°C) Hartkaramellmasse bestehend aus Saccharose, Glucosesirup und Wasser eingemischt. Anschließend wird die noch heiße Masse in Formen gegossen.

Für die Herstellung von Weichkaramellen wird das Aromagranulat entsprechend in eine Masse, die Saccharose, Wasser, Glucosesirup, Fett, Fondant, Gelatine, Zitronensäure und einen Emulgator enthält, bei 120°C eingearbeitet. Anschließend wird die Masse auf einem Kühltablett auf unter 40°C abgekühlt und dann per Hand durch Ziehen belüftet.

#### Vorteile:

- Durch die auffälligen Partikel kann ein optischer Effekt erzielt werden, der während der Verarbeitung und Lagerung erhalten bleibt.
- Es treten geringe Aromaverluste beim Verarbeitungsprozeß auf.

- Das Aroma ist an wenigen Stellen lokalisiert in der Matrix vorhanden und migriert nicht. Dadurch wird ein besonderer sensorischer Effekt erreicht (Hot Spots). In die Aramellmatrix selbst kann ein anderes flüssiges Aroma gegeben werden womit ein sensorischer Doppeleffekt erzielt werden kann
- Das Ablutschverhalten der Hartkaramellen bleibt unverändert, die Partikel werden nicht als störend empfunden.

#### 10 Beispiel 9 (Geleefrüchte)

Ein rot gefärbtes Aromagranulat mit eingekapseltem Erdbeeraroma, das anschließend zusätzlich mit einem Fettüberzug versehen wurde, wird in die Masse für Geleefrüchte bestehend aus Wasser, Saccharose, Glucosesirup und Agar-Agar bei 70°C eingearbeitet. Anschließend wird die Masse in Formpuder gegossen.

#### Vorteile :

- Durch die auffälligen Partikel kann ein optischer Effekt erzielt werden, der während der Verarbeitung und Lagerung trotz relativ hohem Wassergehalt in der Matrix erhalten bleibt.
- Es treten geringe Aromaverluste beim Verarbeitungsprozeß auf.
- Das Aroma ist an wenigen Stellen lokalisiert in der Matrix vorhanden und migriert nicht. Dadurch wird ein besonderer sensorischer Effekt erreicht (Hot Spots). In die Matrix selbst kann ein anderes flüssiges Aroma gegeben werden womit ein sensorischer Doppeleffekt erzielt werden kann.



**Beispiel 10 (Hartkekse)**

Ein orange gefärbtes Aromagranulat mit eingekapseltem Käsearoma, das anschließend zusätzlich mit einem Fettcoating versehen wurde, wird in den Teig für Hartkekse eingearbeitet.

**Vorteile**

- Es treten geringe Aromaverluste beim Backprozeß auf.
- Das Aroma ist an wenigen Stellen lokalisiert in der Matrix vorhanden und migriert nicht, dadurch wird ein besonderer sensorischer Effekt erreicht (Hot Spots). In die Matrix selbst kann ein anderes flüssiges Aroma gegeben werden womit ein sensorischer Doppeleffekt erzielt werden kann.

**Beispiel 11 (Kaugummi)**

Ein Aromagranulat mit eingekapseltem Mintaroma wird in Kaugummimasse eingearbeitet.

**Vorteile:**

- Hoher Aromaimpakt durch partielle Lokalisierung von hohen Aromakonzentrationen im Produkt. Die Freisetzung des Aromas erfolgt mechanisch beim Kauen

**Beispiel 12 (Eiscreme)**

Ein orange gefärbtes Aromagranulat mit eingekapseltem Aprikosenaroma, das zusätzlich eine Umhüllung aus Fett enthält, wird in Eiscreme eingearbeitet.

**Vorteile:**

- Durch die auffälligen Partikel kann ein optischer Effekt erzielt werden, der während der Lagerung der Eiscreme auch bei Temperaturschwankungen erhalten bleibt.
- Ein zusätzlicher Knusperereffekt kann selbst in Eiscreme als Lebensmittel mit relativ hoher Wasseraktivität realisiert werden.

**Beispiel 13 (Komprimat)**

Ein Aromagranulat, das eingekapseltes Heidelbeeraroma überzogen mit einer 5%igen Schicht aus Methylcellulose enthält, wird zu 2 % in eine Pulvermischung aus Sorbit, Zitronensäure und Aspartam gegeben und über eine Tablettiermaschine zu Komprimaten verpreßt.

**Vorteile:**

- Die Hygroskopizität der Pulvermischung wird deutlich herabgesetzt. Ein Anbacken an die Stempeloberflächen während des Verpressens tritt nicht mehr ein.

**Beispiel 14 (Vergleich der Verfahren)**

Die Figur stellt einen Vergleich der unterschiedlichen Retentionsraten (Ordinate: Retention in %) einzelner Aromakomponenten aus einem Erdbeer-Aroma je nach der verwendeten Aromentechnologie dar. Die vertikalen Balken repräsentieren jeweils die einzelnen Aromakomponenten geordnet von links nach rechts nach abfallender Flüchtigkeit.

Deutlich ist zu erkennen, dass insbesondere für die leichtflüchtigen Komponenten (jeweils die Balken ganz links einer jeden Gruppierung) die Retention bei der erfindungsgemäßen kontinuierlichen Wirbelschichtgranulation 5 sehr gut ist. Damit wird erreicht, dass die Verhältnisse der Aromakomponenten untereinander nahezu unverändert bleiben. Das Geschmacksprofil entspricht dadurch weitgehend dem des flüssigen unverkapselten Aromas.

Die anderen dargestellten Technologien (1 = Adsorption; 2 = Sprühtrocknung; 3 = Agglomeration; 4 = Kompaktierung) fallen gegenüber der kontinuierlichen Wirbelschichtsprühgranulation in puncto Aromaprofilerhalt deutlich ab. Auch die Retention für das Aroma insgesamt ist bei der kontinuierlichen Wirbelschichtsprühgranulation am höchsten.

**Patentansprüche**

1.     Eingekapselte Aroma- und/oder Riechstoffzubereitungen mittels Wirbel-  
schichtsprühgranulation, bei der eine Aromen- und/oder Riechstoffzuberei-  
5     tung in ein Wirbelbett mit Granulationskeimen eingesprüht wird und wobei  
die durchschnittliche Verweilzeit der eingesprühten Aromen- und/oder Riech-  
stoffzubereitung im Wirbelbett weniger als 20 Minuten beträgt.
2.     Verfahren zur Herstellung von eingekapselte Aroma- und/oder Riechstoffzu-  
10     bereitungen, hergestellt mittels Wirbelschichtsprühgranulation, bei der eine  
Aromen- und/oder Riechstoffzubereitung in ein Wirbelbett mit Granula-  
tionskeimen eingesprüht wird, dadurch gekennzeichnet, dass die durch-  
schnittliche Verweilzeit der eingesprühten Aromen- und/oder Riechstoffzube-  
15     ereitung im Wirbelbett weniger als 20 Minuten beträgt.
3.     Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass das Verfahren  
kontinuierlich ausgeführt wird.
4.     Verfahren nach einem der Ansprüche 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, dass  
20     die Granulationskeime in einem Wirbelbett erzeugt werden.
5.     Verfahren nach einem der Ansprüche 2 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass  
das Wirbelbett eine Betthöhe von weniger als 10 cm hat.
6.     Verfahren nach einem der Ansprüche 2 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass  
25     Granulat der gewünschten Korngröße mit einem Sieb aus dem Wirbelbett  
abgeschieden wird.
7.     Verfahren nach einem der Ansprüche 2 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass  
30     das Granulat nach der Erzeugung durch Aufsprühen eines flüssigen Um-  
hüllungsmaterials mit einer äußeren Schicht versehen wird.

8. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass die Aromen- und/oder Riechstoffe in Form einer Emulsion, hergestellt durch Mischung der Aromen und/oder Riechstoffe mit Wasser und einem polymeren Trägerstoff, eingesetzt werden.
- 5
9. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass als polymerer Trägerstoffe hydrolisierte oder modifizierte Stärken und als Hydrokolloide Gummi Arabikum, oder Mischungen hiervon eingesetzt werden.
- 10
10. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass die Aromen- und/oder Riechstoffemulsion als Zusatzstoffe. Lebensmittel- oder Kosmetik-Farbstoffe, Süßstoffe, Antioxidantien, Genußsäuren, geschmacksbeeinflussende Stoffe, Vitamine, Mineralstoffe und/oder Saftkonzentrate enthält.
- 15
11. Verwendung von eingekapselten Aroma und/oder in Lebensmitteln.
12. Verfahren nach einem der Ansprüche 4 bis 11, dadurch gekennzeichnet, dass die Aromen- und/oder Riechstoffemulsion auch Zusatzstoffe und Zutaten wie Lebensmittel- oder Kosmetik-Farbstoffe, Süßstoffe, Zuckeraustauschstoffe, Antioxidantien, Genußsäuren, geschmacksbeeinflussende Stoffe. Vitamine. Mineralstoffe und/oder Saftkonzentrate enthält.
- 20
- 25

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Int. lional Application No

PCT/EP 99/09644

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 7 A23L1/22 B01J13/04 B01J2/16

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 A23L B01J

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	UHLEMANN H: "KONTINUIERLICHE WIRBELSCHICHT-SPRUEHGRANULATION" CHEMIE. INGENIEUR. TECHNIK, DE, VERLAG CHEMIE GMBH. WEINHEIM, vol. 62, no. 10, 1990, pages 822-834, XP000176381 ISSN: 0009-286X cited in the application	
A	WO 97 16078 A (GIVAUDAN-ROURE (INTERNATIONAL) S.A.) 9 May 1997 (1997-05-09) cited in the application	
A	WO 98 00694 A (TETRA LAVAL HOLDINGS & FINANCE S.A.) 8 January 1998 (1998-01-08)	

☐ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

### \* Special categories of cited documents :

- \*A\* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- \*E\* earlier document but published on or after the international filing date
- \*L\* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- \*O\* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- \*P\* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- \*T\* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- \*X\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- \*Y\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
- \*&\* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

12 May 2000

Date of mailing of the international search report

22/05/2000

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Caturla Vicente, V

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

Int. .onal Application No

PCT/EP 99/09644

Patent document  
cited in search report

Publication  
date

Patent family  
member(s)

Publication  
date

WO 9716078 A

09-05-1997

EP

0859554 A

26-08-1998

WO 9800694 69 A

NONE

# INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

In. Jonaees Aktenzeichen

PCT/EP 99/09644

## A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES

IPK 7 A23L1/22 B01J13/04 B01J2/16

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

## B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchiertes Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)

IPK 7 A23L B01J

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der Internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

## C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	UHLEMANN H: "KONTINUIERLICHE WIRBELSCHICHT-SPRUEHGRANULATION" CHEMIE. INGENIEUR. TECHNIK, DE, VERLAG CHEMIE GMBH. WEINHEIM, Bd. 62, Nr. 10, 1990, Seiten 822-834, XP000176381 ISSN: 0009-286X in der Anmeldung erwähnt	
A	WO 97 16078 A (GIVAUDAN-ROURE (INTERNATIONAL) S.A.) 9. Mai 1997 (1997-05-09) in der Anmeldung erwähnt	
A	WO 98 00694 A (TETRA LAVAL HOLDINGS & FINANCE S.A.) 8. Januar 1998 (1998-01-08)	

☐ Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

☒ Siehe Anhang Patentfamilie

\* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

"A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

"E" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

"L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

"O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

"P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

"X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfindertischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

"Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfindertischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

"&" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der Internationalen Recherche

12. Mai 2000

Absenddatum des internationalen Recherchenberichts

22/05/2000

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde

Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Caturla Vicente, V



# INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 99/09644

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
WO 9716078 A	09-05-1997	EP 0859554 A	26-08-1998
WO 9800694 69 A		KEINE	